

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 64-047019

(43)Date of publication of application : 21.02.1989

(51)Int.Cl.

H01L 21/205  
H01L 21/31

(21)Application number : 62-204777

(71)Applicant : DENKI KAGAKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 18.08.1987

(72)Inventor :  
OGATA YOICHI  
KOBAYASHI AKIRA  
TERASAKI RYUICHI  
NOZAWA KAZUMI  
SATO SHINSEI**(54) GLASSY CARBON COATED SUSCEPTOR****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To enable a thin film formed on a susceptor by a CVD process to be hardly peeled off by a method wherein the surface roughness of a susceptor comprising a carbonic material coated with a glassy carbon is specified.

**CONSTITUTION:** The mean surface roughness  $R_a$  of a susceptor is specified to be  $0.1\mu\text{m}$  to  $5\mu\text{m}$  while the maximum surface roughness  $R_{\text{max}}$  is specified to be  $1\mu\text{m}$  to  $50\mu\text{m}$ . In order to coat a carbonic base material with a glassy carbon, the carbonic material is coated with organic high molecule as a carbonic precursor to be baked in a non-oxidative gas or vacuum. The organic high molecule is recommended to have the carbon content exceeding 30 weight % while the carbonic base material is recommended to be a mold in density of  $1.6\text{W2.1g/cm}^2$  or isotropic graphite. At first, a carbonic base material in the mean surface roughness  $R_a$  of  $0.1\mu\text{m}$  to  $5\mu\text{m}$  and the maximum surface roughness  $R_{\text{max}}$  of  $1\mu\text{m}$  to  $50\mu\text{m}$  is used to coat the surface thereof with a glassy carbon to be a susceptor and then the mean surface roughness  $R_a$  and the maximum surface roughness  $R_{\text{max}}$  are measured to determine the optimum surface roughness of the base material making reference to the results.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭64-47019

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>H 01 L 21/205  
21/31

識別記号

庁内整理番号

7739-5F  
6708-5F

④ 公開 昭和64年(1989)2月21日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑥ 発明の名称 ガラス状炭素被覆サセプター

⑦ 特 願 昭62-204777

⑧ 出 願 昭62(1987)8月18日

⑦ 発 明 者 尾 形 陽 一 東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社  
中央研究所内

⑦ 発 明 者 小 林 晃 東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社  
中央研究所内

⑦ 発 明 者 寺 崎 隆 一 東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社  
中央研究所内

⑦ 発 明 者 野 沢 和 己 東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社  
中央研究所内

⑦ 発 明 者 佐 藤 新 世 東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社  
中央研究所内

⑦ 出 願 人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

## 明 細 書

## 1 発明の名称

ガラス状炭素被覆サセプター

## 2 特許請求の範囲

炭素基材の表面にガラス状炭素を被覆してなるサセプターにおいて、該サセプターの平均表面粗さ  $R_a$  が  $0.1 \mu m$  以上  $5 \mu m$  以下で、最大表面粗さ  $R_{max}$  が  $1 \mu m$  以上  $50 \mu m$  以下であることを特徴とするガラス状炭素被覆サセプター。

## 3 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、たとえば半導体の製造工程において使用されるサセプターに関する。

## 〔従来の技術〕

一般にサセプターはシリコンウエーハー等の半導体材料を直接載置し、エピタキシャル気相成長や各種蒸着の気相成長等を行行除に使用される。従つて、高純度であること、耐熱性の高いこと、耐腐食性の優れていることなどが要求される。

これらの要求に応えるものとして従来から炭素

基材の上に化学気相蒸着(CVD)法による炭化硅素を被覆したサセプターが使用されている(参考文献例：特開昭56-10921号公報)。しかし炭化硅素被覆サセプターは炭化硅素被覆層と炭素基材との熱膨張係数が異なっているために繰返し使用による熱サイクルで、被覆層にクラックが発生し、そのクラックを通して炭素基材から不純物が滲みだし製品を汚染するという欠点を有していた。さらに、炭化硅素被覆層はCVD法により形成されるため膜の均一性が劣り、ピンホールが発生しやすいので、近年とみに要求が高まりつつあるサセプターの大型化に対応することが困難であるという欠点があった。

これらの欠点を補う手段として、炭素基材にガラス状炭素を被覆する提案がある(特公昭52-39684号公報)。この方法で得られるガラス状炭素被覆サセプターは、上記炭化硅素被覆サセプターと比較して被覆層の均一性が優れており、また被覆層の気体透過率が2桁程度小さいので、炭素基材からの不純物の汚染を減少できるという

(2)

利点を有している。

しかしながら、サセプターをCVD法による各種絶縁膜形成時のウェハー載置台として使用していると、サセプターの表面にもCVDによる薄膜が生成し、この薄膜の剥離による障害が発生する。たとえば $\text{SiO}_2$ 絶縁膜の場合は5回程度または10 $\mu\text{m}$ 程度CVDを行うと、サセプター上に生成した $\text{SiO}_2$ 薄膜が剥離を起こし易くなりダスト発生の原因となる。これを防ぐためにしばしばエッチング(被膜除去作業)を行いサセプター上に生成した薄膜を除去しなければならないという欠点があった。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明の目的は、サセプター上にCVD法により形成される薄膜が剥離し難いガラス状炭素被覆サセプターを提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

発明者は各種材料のCVDを行つたとき、サセプター上に生成する薄膜の剥離によるダストの発生がCVDの回数に対してばらつきのあることに気付

きに被膜を形成できる。特にガラス状炭素被覆体の用途が半導体用治具、サセプター等の場合には、不純物の面からポリ塩化ビニルを熱分解させたPCがとりわけ好ましい。熱分解は、不活性気体中で200～500℃で30分以上加熱して行なう。

前記PCを溶剤に100～800g/lの濃度で溶かして炭素基材に塗布するが、溶剤としては溶解性、揮発性の点でトリクレンなどの脂肪族塩素系のものが好ましい。塗布方法は超音波含浸、はけ塗り、スプレー、浸漬などでよく、塗布後に比較的低温(50～150℃程度)で乾燥することが好ましい。ついで、非酸化性気体中または真空中で600～1300℃程度の温度で30分以上焼成する。

炭素基材は、その用途がサセプターであることから、加工精度、通気率等を考慮すると、密度1.6～2.1g/cm<sup>3</sup>のモールドまたは等方性黒鉛が好ましい。サセプターの表面粗さを前記の通りにするために、炭素基材の表面粗さの調整が重要

き、これを検討した結果、サセプターの表面粗さに関連のあることを見出した。すなわち本発明は、炭素基材の表面にガラス状炭素を被覆してなるサセプターにおいて、該サセプターの平均表面粗さ $R_a$ が0.1 $\mu\text{m}$ 以上5 $\mu\text{m}$ 以下で、最大表面粗さ $R_{\text{max}}$ が1 $\mu\text{m}$ 以上50 $\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするガラス状炭素被覆サセプターである。

以下本発明について詳しく説明する。ガラス状炭素を炭素基材に被覆するに炭素前駆体となる有機高分子を炭素基材に塗布し、非酸化性気体中または真空中で焼成すればよい。ここで非酸化性気体とは $\text{H}_2$ 、 $\text{N}_2$ 、希ガス類またはこれらの混合気体をさす。用いる有機高分子に限定はないが、炭素含有量が30重量%以上のものが好ましく、例えばポリ塩化ビニル、ポリビニルアルコール、ポリ酢酸ビニル、アルキルフェノールなどがある。さらに、これらの有機高分子を温度に熱分解させたビッチ状物質(以下PCと略す)は炭素含有量が80重量%以上である上に、ベンゼン、クロロホルム等の有機溶剤に溶けるため塗布法により簡

である。サセプターの表面粗さは炭素基材の表面粗さとはほぼ同じになるが、ガラス状炭素の被覆の条件によつて多少変る。したがつて、まず平均表面粗さ $R_a$ が0.1 $\mu\text{m}$ ～5 $\mu\text{m}$ 、最大表面粗さ $R_{\text{max}}$ が1 $\mu\text{m}$ ～50 $\mu\text{m}$ 程度の炭素基材を用いて、この表面にガラス状炭素を被覆してサセプターとし、その平均表面粗さと最大表面粗さを測定し、その結果により最適な基材の表面粗さを定めればよい。炭素基材の表面粗さを調整する方法はフライス盤、旋盤等での加工、研磨紙等による表面研磨、サンドブラストなどでよい。

サセプターの平均表面粗さ $R_a$ は0.1 $\mu\text{m}$ 以上5 $\mu\text{m}$ 以下、好ましくは0.5 $\mu\text{m}$ 以上3 $\mu\text{m}$ 以下で、かつ最大表面粗さ $R_{\text{max}}$ は1 $\mu\text{m}$ 以上50 $\mu\text{m}$ 以下、このましくは5 $\mu\text{m}$ 以上30 $\mu\text{m}$ 以下である。 $R_a$ が0.1 $\mu\text{m}$ 未満または $R_{\text{max}}$ が1 $\mu\text{m}$ 未満であると、サセプター表面に生成したCVD薄膜が剥離し易くなる。また、 $R_a$ が5 $\mu\text{m}$ を超えると、または $R_{\text{max}}$ が50 $\mu\text{m}$ を超えるとサセプターからウェハーへの伝熱が不均一になり、ウェハー上に生成するCVD

膜の均質性が悪くなる。

# [実施例]

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。  
実施例1～10及び比較例1～6

炭素基材として市販の等方性黒鉛8IC-6(東洋炭素製)を用い、直径250mm、厚さ10mmの円板状に加工したのち、サンドブラストまたはサンドペーパーにより表1に示す16種類の表面粗さのサンプルを調製した。表面粗さは電子式表面粗さ計(三豊製 サーフテスト タイプ201)を用い、JIS B-0601にしたがって測定した。この基材をトリクレンおよびアセトンで超音波洗浄し表面汚染物を除去した後、1800℃、アルゴン雰囲気下で一時間焼成した。

いつぱり有機高分子として、電気化学工業(株)製の塩化ビニル樹脂(88-110)を窒素気中390℃、90分熱分解して得られたPCを用いた。このPCをトリクレンに溶解し、濃度20%のPC溶液を調製した。このPC溶液に上記各基材を超音波浸漬したのち乾燥し、その後アルゴン

(3)

雰囲気下1200℃で一時間焼成して、ガラス状炭素被覆サセプターを得た。得られたサセプターの平均表面粗さおよび最大表面粗さは表1に示すとおりである。

このようにして作成したサセプターをプラズマCVD装置(サムコインターナショナル製M401 PD-10)に装着し、さらに該サセプター上に直径2インチのシリコンウェハーを置き、表2に示す条件で窒化ケイ素または酸化ケイ素のCVDを行なった。なお、いずれの場合もプラズマ発生用電力の周波数は13.56MHz、出力は70W、サセプターの温度は350℃であつた。得られたCVD薄膜の厚さは表2に示すとおりである。

CVDを終えた後サセプター及びシリコンウェハー上の表面観察を目視及び顕微鏡で行つた。シリコンウェハーはCVDを終えるごとに毎回交換したが、サセプターは表面観察後何の処理もせず再CVDに用いた。そして、何回のCVDでサセプター表面の薄膜にクラックや剥離が発生するかを調た。また、シリコンウェハー上のCVD薄膜の膜厚

分布についても断面観察により調べた。その結果を表2に示す。

表2を見ると分るようにサセプター表面の $R_a$ が0.1 $\mu$ m未満、または $R_{max}$ が1 $\mu$ m未満である(比較例1～3)、CVDの回数は10回未満で薄膜面にクラックや剥離が認められた。しかし薄膜の均一性は膜厚偏差を見ると分るよう実施例と同様優れていた。これに対し、 $R_a$ が5 $\mu$ mを超えるか、または $R_{max}$ が50 $\mu$ mを超えると(比較例4～6)CVDの回数は50回でも薄膜面にクラックや剥離は認められず、ダストの発生も認められなかつたが、薄膜の均一性の点でかなり劣ることが分る。なお、シリコンウェハーは剥離が生じた場合を除き鏡面状態を保つていた。

表 1

		炭素基材の表面粗さ		サセプターの表面粗さ		サセプター上のCVD薄膜上にクラックまたは剥離が発生するまでのCVD回数		シリコンエバー上10箇所薄膜の厚みの標準偏差(Å)	
		Ra(Å)	Rmax(Å)	Ra(Å)	Rmax(Å)	SiN	SiO <sub>2</sub>	SiN	SiO <sub>2</sub>
実施例	1	0.1	1.0	0.1	1.0	18	13	0.017	0.052
	2	0.1	2.5	0.1	2.0	16	13	0.012	0.028
	3	0.5	1.5	0.5	1.5	23	17	0.015	0.031
	4	0.5	3.5	0.5	3.5	22	19	0.018	0.029
	5	1.0	3.5	1.0	3.0	31	26	0.018	0.035
	6	1.0	8.0	1.0	8.0	45	40	0.017	0.038
	7	3.0	8.5	3.0	8.5	50以上	43	0.016	0.037
	8	3.0	20	3.0	20	48	50以上	0.018	0.037
	9	5.0	15	5.0	15	50以上	48	0.023	0.042
	10	5.0	50	5.0	50	50以上	50以上	0.026	0.040
比較例	1	0.08	1.0	0.08	0.5	2	3	0.013	0.030
	2	0.08	1.0	0.08	1.0	3	3	0.015	0.029
	3	0.1	0.5	0.1	0.5	7	5	0.015	0.031
	4	5.0	70	5.0	70	50以上	48	0.093	0.153
	5	7.0	40	7.0	40	50以上	50以上	0.138	0.237
	6	7.0	55 75	7.0	75	50以上	50以上	0.213	0.335

表 2

	SiNのCVD	SiO <sub>2</sub> のCVD
使用ガスの種類	SiH <sub>4</sub> -NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub> -N <sub>2</sub> O
ガスのモル比	1 : 20	1 : 25
ガスの圧力(torr)	0.9	1.0
CVD速度(Å/分)	0.04	0.06
CVD時間(分)	20	20
CVD薄膜の厚さ(Å)	0.8	1.2

剥離によるダスト発生のおそれがない。このため、CVD作業に本発明のサセプターを用いると、エッチングの回数を大幅に減らすことができる。

特許出願人 電気化学工業株式会社

#### 〔発明の効果〕

以上の説明から明らかなように、サセプターの表面粗さのR<sub>a</sub>が0.1 Å以上5 Å以下、R<sub>max</sub>が1 Å以上50 Å以下に制御された本発明のサセプターは、CVD法によりその表面に生成する薄膜の付着力が強固であり、剥離し難いので、被膜